

Comparison of methodologies for the evaluation of microplastics in rivers: application on the Rhône River continuum

Comparaison de méthodologies pour l'évaluation des microplastiques dans les rivières : application sur le continuum du Rhône

Marina Coquery¹, David Gateuille², Nathan Giraud³, Soline Lelay³, Gaëlle Darmon⁴, Jérôme Labille⁵, Alexandra Gruat¹, Loïc Richard¹, Marie-Aurélia Sabatte⁴, Brice Mourier³

¹ INRAE, UR RiverLy, 5 rue de la Doua, CS 20244, F-69625 Villeurbanne Cedex

² EDYTEM, UMR 5204 CNRS-USMB, F-73376 Le Bourget du Lac Cedex

³ Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, ENTPE, UMR5023 LEHNA, F-69518 Vaulx-en-Velin

⁴ HISA, 65 rue Saint-Jean, F-33800 Bordeaux

⁵ Université Aix-Marseille, CNRS, IRD, INRAE, Coll. France, CEREGE, Aix-en-Provence

RÉSUMÉ

A ce jour, il n'existe pas de surveillance pérenne pour la mesure des concentrations et flux de microplastiques transportés par les rivières. Les équipes de recherche emploient des méthodologies d'échantillonnage et/ou de laboratoires différentes, rendant ardue la comparaison des résultats et l'établissement de tendances spatiales ou temporelles à l'échelle d'un grand bassin versant. Le projet MicroPlasticRivers a pour objectif de comparer des méthodologies de mesure des concentrations et flux de microplastiques dans les rivières, depuis l'échantillonnage jusqu'à l'extraction et l'identification en laboratoire, et de proposer des méthodologies harmonisées. Cette étude a été réalisée sur le continuum du Rhône et ses affluents, qui bénéficie d'un réseau de stations de mesure sur le long terme (Observatoire des Sédiments du Rhône - [OSR](#)). Des échantillons « contrôles » de matières en suspension (MES) ont été préparés et partagés entre laboratoires afin d'évaluer les méthodes de préparation et d'analyse (μ FTIR) et de comparer les résultats en termes de détection et de caractérisation des microplastiques. Plusieurs méthodologies de prélèvement des eaux de surface (filets, pompage, centrifugeuse en continu, piège à particules) ont été mises en œuvre simultanément sur plusieurs stations dans des conditions hydrologiques contrastées. Les résultats obtenus permettent d'évaluer les facteurs méthodologiques et environnementaux susceptibles d'expliquer la variabilité des concentrations observées.

ABSTRACT

To date, there is no permanent monitoring system for measuring the concentrations and flows of microplastics transported by rivers. Research teams use different sampling and/or laboratory methodologies, making it difficult to compare results and establish spatial or temporal trends on the scale of a large catchment area. The aim of the MicroPlasticRivers project is to compare methodologies for measuring concentrations and flows of microplastics in rivers, from sampling to extraction and identification in the laboratory, and to propose harmonised methodologies. This study was carried out on the continuum of the Rhône River and its tributaries, which benefits from a network of long-term measurement stations (Rhône Sediment Observatory - OSR). Control samples of suspended solids (SS) were prepared and shared in order to evaluate the preparation and analytical methods (μ FTIR) and to compare the results in terms of detection and characterisation of microplastics. Several surface water sampling methods (nets, pumping, continuous centrifuge, particles trap) were used simultaneously at several stations under contrasting hydrological conditions. The results obtained enabled to assess the methodological and environmental factors likely to explain the variability of the concentrations observed.

KEYWORDS

Contaminants, eaux de surface, micro-plastique, piège à particules, polymères

Contaminants, freshwater, micro-plastic, particles trap, polymers

1 INTRODUCTION

De nombreuses initiatives portent sur l'évaluation des concentrations des (micro)-plastiques dans l'environnement. La plupart concerne les écosystèmes marins et les études en systèmes fluviaux sont beaucoup plus récentes. Or, une meilleure compréhension de l'origine et de la dispersion des microplastiques sur le continuum fleuve-mer est nécessaire pour pouvoir mettre en œuvre des actions concrètes et efficaces sur la réduction des flux globaux et des impacts potentiels. Les méthodologies employées pour la mesure des microplastiques, depuis la collecte des échantillons sur le terrain jusqu'à leur analyse en laboratoire, sont encore très disparates rendant les résultats difficilement comparables entre les études (Dusaucy *et al.*, 2021) et empêchant une analyse globale fiable à l'échelle d'un grand bassin versant.

L'objectif du projet MicroPlasticRivers est de partager les compétences entre des scientifiques experts du domaine afin de tester et de comparer les méthodologies les plus adaptées pour la mesure des microplastiques dans les rivières, depuis l'échantillonnage jusqu'à l'extraction et l'identification en laboratoire, la finalité étant de proposer une méthodologie harmonisée pour la mesure des concentrations et des flux. Il s'agit aussi d'effectuer une première évaluation des facteurs méthodologiques et environnementaux susceptibles d'expliquer la variabilité des concentrations observées.

L'étude a été menée sur le continuum du Rhône et ses affluents, un modèle idéal d'une part, pour analyser l'influence de facteurs anthropiques et environnementaux et, d'autre part, pour bénéficier de stations expérimentales existantes (Observatoire des Sédiments du Rhône - [OSR](#), Thollet *et al.*, 2021). A l'heure actuelle, très peu d'études permettent de documenter l'état des lieux sur la pollution en microplastiques dans le Rhône. Une étude ciblant les macro-plastiques, menée dans le cadre du projet RIMMEL, avait évalué un flux de 0,7 tonnes de plastique par an à l'embouchure du Rhône (Castro-Jimenez *et al.*, 2019), confirmant l'intérêt et la nécessité de la mise en œuvre d'un programme spécifique aux microplastiques, et au Rhône. Les travaux de Constant *et al.* (2020), également menés à l'embouchure du Rhône, ont rapporté des teneurs de l'ordre de 12-19 items/m³ (filets 300-330 µm) et des premières estimations de flux annuel moyen entre 5,92 et 22 t·yr⁻¹.

2 METHODES

2.1 Sites d'étude

Le réseau de suivi de l'OSR, en place depuis 15 ans, est particulièrement bien instrumenté. Il permet le suivi continu des concentrations et flux de matières en suspension (MES) et de contaminants associés sur une douzaine de stations. Ce réseau de stations peut servir à documenter les concentrations et flux de microplastiques sur le bassin du Rhône et s'avère donc idéal pour la stratégie expérimentale du projet.

2.2 Méthodes d'échantillonnage et d'analyse

Nous avons testé d'une part, des équipements disponibles sur les stations de l'OSR comme les pièges à particules et la centrifugation en continue (centrifugeuse fixe disponible sur les sites de Jons et d'Arles sur le Rhône ; centrifugeuse mobile). Ces équipements permettent de collecter des MES de manière intégrée et représentative (Masson *et al.*, 2018), et l'objectif visé dans ce projet est de tester leur capacité à échantillonner les microplastiques. D'autre part, les équipes de recherche ont mis en œuvre des équipements spécifiques déjà utilisés dans le cadre d'autres projets de recherche (filets 50 µm, ultracentrifugation), ou de science participative (Babylegs, approche proposée par l'association La Pagaie Sauvage).

Les méthodes d'analyses des trois laboratoires participants sont basées sur la µFTIR et couvrent une gamme de taille de 25 à 5000 µm. Pour la matrice sédimentaire et l'eau brute, l'analyse des microplastiques par µFTIR est réalisée après une extraction densimétrique et une digestion de la matière organique.

2.3 Stratégie expérimentale

Dans un premier temps, des échantillons « contrôles » de MES ont été prélevés (station d'Andancette sur le Rhône), et partagés entre trois laboratoires afin de comparer les résultats en termes de détection des microplastiques et de caractérisation des types de polymères. Dans un second temps, plusieurs méthodologies de prélèvement des eaux de surface (différents modèles de filets, pompage, centrifugeuse en continu, piège à particules) ont été mises en œuvre simultanément sur plusieurs stations dans des conditions hydrologiques contrastées. Deux campagnes ont été menées sur le Rhône, en étiage et en crue, sur les stations d'Andancette (aval de Lyon) et d'Arles à l'exutoire du Rhône. De plus, plusieurs campagnes ont été menées à l'amont et à l'aval de Lyon pour évaluer la variabilité des apports de microplastiques au niveau de l'agglomération.



Figure 1 : Stations de suivi de l'OSR avec les stations du projet MicroPlasticRivers (en rouge) le long du Rhône.

Plusieurs méthodes d'échantillonnage testées

- Piège à particules (PAP)
- Centrifugeuse mobile (CMO)
- Centrifugeuse fixe (CFI)
- Filet manta 50 µm
- Filet manta 300 µm
- Baby leg (dispositif participatif)
- Pompage d'eau de surface et chaussette 50 µm
- Ponctuel direct d'eau de surface et chaussette 50 µm
- Nanofiltration sur eau de surface et de sortie centrifugeuse
- Prélèvement de sédiment



Figure 2 : Illustration des méthodes d'échantillonnage testées sur le Rhône à Arles et Andancette.

3 RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats obtenus ont permis d'identifier certains facteurs méthodologiques et environnementaux susceptibles d'expliquer la variabilité des concentrations et flux observés. En premier lieu, il est essentiel de s'accorder sur la manière dont les résultats sont exprimés dans les différents laboratoires. Les paramètres ont été harmonisés comme suit :

- ✓ Masse analysée = environ 3 g (masse sèche de MES)
- ✓ Polymères = 6 principaux PE, PP, PET, PA, PS, PVC + autres

Nombre total de particules (MP) exprimé par kg (de MES) ou m³

Nombre total de polymères, abondance relative %

- ✓ Classes de taille : < 100, 100-300, 300-500, 500-1000, > 1000 µm

Expression des unités (nombre et masse) : Min- max- moyenne, médiane et erreur standard

- ✓ Fibre textiles non prises en compte
- ✓ Conversion en masse = Logiciel SIMPLE

Masse totale de particules ; concentration particules en mg/kg (ou µg/m³)

- ✓ Incertitudes = erreur standard relative calculée sur triplicats

La répétabilité des mesures est satisfaisante pour les prélèvements ponctuels (bidon + filtration à 50 µm sur site), avec des résultats comparables en termes de nombre de particules par m³ et d'abondance relative des différents types de polymères entre les deux rives du fleuve pour les différentes stations testées (Jons, Andancette, Arles). Les prélèvements réalisés à l'aide de la pompe (+ filtration à 50 µm sur site) donnent des résultats plus variables en termes de nombre de particules et types de polymères ; cela peut résulter de la variabilité des concentrations dans le milieu ou du système de prélèvement.

Les résultats des concentrations en microplastiques et types de polymères obtenus aux différentes stations par prélèvements ponctuels montrent une contamination plus forte à la station d'Andancette sur le Rhône (sud de Lyon), avec une apparition du PVC, non visible à l'amont de Lyon, mais également détecté à Arles. Cela témoigne probablement de rejets industriels au sud de Lyon (Dhivert *et al.*, 2024). Dans le Rhône, les concentrations sont plus faibles en période de basses eaux (février 2023) qu'en période de crue (janvier 2024). Comme attendu, les concentrations en microplastiques sont nettement plus faibles dans les affluents amonts (Fier et canal de Savière) que dans le Rhône.

Le bilan amont – aval de l'agglomération de Lyon, réalisé à l'aide de prélèvements par piège à particules sur plusieurs mois, démontre la capacité de ces systèmes à intégrer la pollution plastique. Les résultats obtenus concernant les bilans de masse sont cohérents avec les précédents, mais leur interprétation reste en cours en

raison d'une variabilité élevée qui sera discutée dans cette communication.

La réalisation de plusieurs campagnes de prélèvement dans des conditions variées et les résultats acquis ont permis d'élaborer un premier classement des avantages ou inconvénients des différentes techniques d'échantillonnage testées dans ce projet.

Tableau 1 : Comparaison des méthodologies d'échantillonnage pour la mesure des microplastiques dans les eaux de rivière

Technique d'échantillonnage	Avantage	Difficulté	Position	Temps de déploiement	Coût	Technicité
Piège à particules	intégratif	vandalisme	50 cm	15 j à 1 mois	+	++
Centrifugeuse en continue	grand volume, représentatif MES	contamination, temps de prélèvement, accès	30 cm	1 – 5 h	+++	+++
Drone aquatique + Filet 50 µm	rapide, ok si faible courant, grand volume	pas ok si fort courant, colmatage	surface	< 10 minutes	++	+++
Filet 300 µm (dans le cours d'eau)	rapide	pas ok si faible courant ou crue, colmatage	surface	30 min	++	++
Pompage + filtration 50 µm	Rapide, grand volume	Contamination	30 cm	< 1 h	++	++
Bonbonne + filtration 50 µm	rapide	Manutention	surface	instant	+	+
Babylegs (environ 300 µm)	rapide	Pas ok si faible courant ou crue, colmatage	surface	30 min	-	-

In fine, ce projet permettra d'élaborer une méthodologie adaptée pour déterminer les concentrations et les flux de microplastiques dans le Rhône et d'évaluer leur variabilité spatiale et temporelle. Il permettra aussi la mise en place d'une banque d'échantillons pour des analyses complémentaires et futures.

REFERENCES

- Castro-Jiménez J., González-Fernández D., Fournier M., Schmidt N., Sempéré R. - 2019. Macro-litter in surface waters from the Rhone River: Plastic pollution and loading to the NW Mediterranean Sea. *Marine Pollution Bulletin*, 146, 60-66.
- Constant M., Ludwig W., Kerhervé P., Sola J., Charrière B., Sanchez-Vidal A., Canals M., Heussner S. – 2020. Microplastic fluxes in a large and a small Mediterranean river catchments: The Têt and the Rhône, Northwestern Mediterranean Sea. *Science of the Total Environment*, 716, 136984. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136984>
- Dhivert E., Pruvost J., Winiarski T., Gasperi J., Delor-Jestin F., Tassin B., Mourier B. – 2024. Time-varying microplastic contributions of a large urban and industrial area to river sediments. *Environmental Pollution*, 347, 123702. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.123702>
- Dusaucy J., D. Gateuille, Y. Perrette, E. Naffrechoux - 2021. Microplastic pollution of worldwide lakes. *Environmental Pollution*, 284:117075. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.117075>
- Masson M., Angot H., Le Bescond C., Launay M., Dabrin A., Miege C., Le Coz J., Coquery, M. - 2018. Sampling of suspended particulate matter using particle traps in the Rhône River: Relevance and representativeness for the monitoring of contaminants. *Science of the Total Environment*, 637-638, 538-549, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.04.343>.
- Thollet F., Le Bescond C., Lagouy M., Gruat A., Grisot G., Le Coz J., Coquery M., Lepage H., Gairoard S., Gattacceca J.C., Ambrosi J.-P., Radakovitch O., Dur G., Richard L., Giner F., Eyrolle F., Angot H., Mourier D., Bonnefoy A., Dugué V., Launay M., Troudet L., Labille J., Kieffer L. - 2021. Observatoire des Sédiments du Rhône; INRAE. <https://dx.doi.org/10.17180/OBS.OSR>